

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 03-110445

(43)Date of publication of application : 10.05.1991

(51)Int.Cl.

G01N 15/08
B01D 65/10

(21)Application number : 01-248497

(71)Applicant : FUJI PHOTO FILM CO LTD

(22)Date of filing : 25.09.1989

(72)Inventor : TAKAGI YASUYUKI
OTANI SUMIO
YOKOTA MINORU

(54) COMPLETENESS TESTING METHOD

(57)Abstract:

PURPOSE: To detect a defect of the structural parts of a filter and a filter cartridge at high precision by measuring diffusion flow rate of pressure holding value at the pressure of at least two points in a range of $\leq 90\%$ value of a bubble point of the filter.

CONSTITUTION: Liquid such as water which is low in solubility of gas and small in diffusion coefficient and high in surface tension δ is utilized for test liquid. The contact angle of test liquid and a membrane is regulated to θ . The relation of radius (r) of a defect of a filter or a cartridge and the spray pressure P of test liquid is shown in $r=2\delta\cos\theta/P$. Spray amount QL (ml/min) is obtained by an expression $QL=15\pi d^2\sqrt{P/32L\eta}$ in the case of (d) (μm) diameter of a defect, \sqrt{P} (bar) differential pressure, L (m) length of the defect and η (μpoise) viscosity of spray fluid. Accordingly, completeness can be tested at the pressures for two or more points of $\leq 90\%$ value of bubble, with the diffusion flow rate or pressure holding value and differential values between measurement points as an inspection standard point.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平3-110445

⑬ Int. Cl.

G 01 N 15/08
B 01 D 65/10

識別記号

A

庁内整理番号

7005-2G
8014-4D

⑭ 公開 平成3年(1991)5月10日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 完全性試験方法

⑯ 特 願 平1-248497

⑰ 出 願 平1(1989)9月25日

⑱ 発 明 者 高 木 稔 行 神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真フィルム株式会
社内

⑲ 発 明 者 大 谷 純 生 神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真フィルム株式会
社内

⑲ 発 明 者 横 田 稔 神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真フィルム株式会
社内

⑳ 出 願 人 富士写真フィルム株式 神奈川県南足柄市中沼210番地
会社

明 細 書

1. 発明の名称 完全性試験方法

2. 特許請求の範囲

フィルターのバブルポイント値の90%以
下の圧力範囲で、二重以上の圧力における圧降差
又はアレクシャー・ホールズ数を測定し、その測定値
及び測定点間の微分性を検査基準とするフィルタ
ーまたはフィルターカートリッジの完全性試験方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は濾体の透過に使用されるフィルターおよ
びフィルターカートリッジの完全性試験方法に関す
るものである。更に詳しくは精密濾過膜あるいは膜
外濾過膜フィルターおよびフィルターカートリッジ
の完全性試験方法に関する。

ここでいうフィルターおよびフィルターカートリ
ッジは濾液中に存在する微粒子や微生物を透過除去
するもので、半導体製造工程、医薬品製造工程、食品
・飲料水・アルコール飲料等の製造工程等で用いら
れるものである。

(従来の技術)

上記の如き分野で用いられるフィルターおよびフ
ィルターカートリッジは、それぞれの分野の製造工
程での目的により様々なものが用いられているが、
特に重要な役割をもちているものは10μm以下
通常は1μmないしは0.1μmの単位の大さの微
粒子や微生物を捕獲除去する精密濾過膜や生物反応
生成物や蛋白質の加水高分子物質の一定の分子重
以上のものの透過を許さない膜外濾過膜を用いたフ
ィルターないしはフィルターカートリッジである。こ
れらフィルターあるいはフィルターカートリッジは
医薬品製造工程や食品・飲料水・アルコール製造工
程では直接製品ないしは半製品の透過や、製品成分と
なる濾体の透過、工程用水の濾過等に使用される。
この濾過機能を担う濾過膜は膜多孔型で、その内部
に微細な空孔を有したメソソリ構造ないしは膜の一
面は空孔を有する膜で他面が緻密な膜を有する構造
であり、その空率率は最大90%となるものもある。
ここで言うフィルターカートリッジとは、濾過用膜
孔位膜をブリーツ状に加工して折り目をつけ、この

特開平3-110445(2)

ブリーフ折り目を平行にした方向に高さを持つた円筒状の透過性液体を形成したブリーフ型フィルターカートリッジや、液体透過を有する平板状の支持体の上下両面に透過膜を形成させた透過ユニットを複数してなる円筒型複層フィルターカートリッジなどを挙げることが出来る。このようなフィルターないしはフィルターカートリッジの用途においては透過液体の中に含まれる微生物や微粒子の透過液側の濃度は許されない。もし透過液側に微生物や微粒子が存在すると有害な医薬品や食品製品を製造することになる。特に新生物の場合、ほかの種の微生物が混入した場合でも保存中または運出中に増殖し、新しい種の菌を含む医薬品や食品になってしまう。このような医薬品や食品は、人体に有害であることは言うまでもない。またバイオフィーム物質の結晶化、熱伝導率が透過液側に増大するとこれら医薬品等を殺菌した場合に発熱するという重大な事故となる。このような事を防止するためにフィルターおよびフィルターカートリッジの製造業者は綿密な製造工程管理や品質管理を行っている。それに加えてフィル

ターおよびフィルターカートリッジの使用者も使用の前後に使用しようとしているフィルターないしはフィルターカートリッジが微生物や微粒子を捕集阻止する性能が目的とするものであることを確認する。この微生物や微粒子を捕集阻止する性能を試験する方法が完全性試験 (Integrity Test) である。

完全性試験の方法は大きく分類すると従来3種の方法が行われており、それぞれは(1)バブルポイント法、(2)気体透過法、(3)ブレンジャーカード法である。これらいずれの方法も原理は試験するフィルターあるいはフィルターカートリッジの透過液に液体(試験液)を充填しこの試験液を含む膜の一次側に二次側よりも大きな圧力の気体を負荷し、この気体の二次側への流れの挙動ないしは流量を測定しフィルターないしはフィルターカートリッジの最大な欠陥の存在を判定する。以下にさらに詳しく各々の試験方法について説明する。

(1)バブルポイント法

試験する透過膜の二次側に液体(通常は水やアル

コール)を満たし、一次側に気体を送入す。この圧力を漸次増大し、二次側に気泡が発生する圧力でフィルターあるいはフィルターカートリッジに存在する最大な孔ないしは空隙の大きさを判断し、フィルターないしはフィルターカートリッジとしての捕集性の完全さを判定する方法である。一次側の圧力が小さい時は二次側の液体中には気泡が見られないが、圧力が一定の値を超えると透過膜に存在する最大な孔あるいは透過膜、透過膜とフィルターカートリッジ部品との接合部分に存在する空隙、フィルターカートリッジ部品等に存在する空隙等の内の最大な孔ないしは空隙を過ぎて気泡が発生するのが観察される。この圧力をバブルポイントという。バブルポイントは気体の通過する孔ないしは空隙の大きさに比例している。従ってこの圧力から気体が通過してきた孔あるいは空隙の大きさを判断することができる。

完全性試験

フィルターないしはフィルターカートリッジの最大な孔あるいは透過膜の中に試験液を充填させ試験の膜を形成する。一次側に気体を送入させ、圧力をか

けて二次側に流れてくる気体の量を測定することによりフィルターないしはフィルターカートリッジ中に存在する最大な孔ないしは空隙の大きさを判定するものである。一次側の透過膜中の液体の失却では圧力が大きくなるに従って一次側の気体が液体に溶解する量は増大する。液体膜中に気体の濃度勾配が発生し、溶解した気体は濃度により二次側に移動していく。一次側の気体の圧力が小さいときは透過膜を過ぎて二次側へ移動する気体の量は低減によるものだけであるが、漸次圧力を大きくしていくと前述のバブルポイントに達し、この孔ないしは空隙を過ぎて気体は比較的小きな濃度で気泡となり二次側に流れることが可能になる。すなわちこのバブルポイントに達すると気泡に二次側に流れる気体流量は増大する。この二次側に流れる気体流量を測定することによりフィルターないしはフィルターカートリッジに存在する最大な孔ないしは空隙の大きさを判定することができる。微生物や微粒子を捕集しない孔径や空隙の大きさを予め求めておき、その値より許される圧力以下の圧力で二次側に流れる気体

特開平3-110445(3)

放電が放射線のみであることを確かめてフィルター
ないしはフィルターカートリッジが目的の微生物な
いしは放射線の検出性を有していることを確認する。
即プレッシャーホールド法

この方法は放射線法と同様に透過膜に放射線を
照射し、一次側と二次側に気体を存在せしめ、一次
側の気体体積と圧力を一定にし試験液を透過した産
生膜を通過して時間の経過とともに流れる液体の量に
従って減少する一次側の気体の圧力を測定し、フィ
ルターやフィルターカートリッジに存在する最大の
孔や空隙の大きさが目的の微生物や放射線の検出性
を有していることを確認する。

フィルター及びフィルターカートリッジのユーザ
ーは、上記三種の方法の中から、メーカーの推奨す
る方法に従い、完全性試験を実施していた。

<発明が解決しようとする課題>

しかしながら、検出すべき菌や放射線を検出して
しまうような欠陥からの気体の圧力が十分に小さい
場合は、上記試験方法では欠陥の存在を見過ごされ
ることがあった。特に特開昭56-154051号特開昭62-270

ら放出する放射線量の検出、プレッシャーホールド
法が相対的に大きくなり、検出しにくくなる場合が
ある。

本発明はこの様な問題を解決する方法を提供する
ものである。すなわち本発明はフィルターおよびフ
ィルターカートリッジの完全性試験において、フィ
ルターおよびフィルターカートリッジの透過部分に
存在する欠陥をより高精度に検出することを目的と
するものである。

<課題を解決するための手段>

前記課題を顕著に解決した結果、上記何れの完全性
試験方法でも検出が困難であった、検出すべき菌や
放射線を検出してしまうような大きさの欠陥を検出
するには、フィルターのバブルポイント法の90%
以下の範囲で、二点以上の圧力における放射線量又
はプレッシャーホールド法を測定し、その測定値及
び測定点間の差分値を検査基準とするフィルター又
はフィルターカートリッジの完全性試験方法によ
って建設されることを発見した。さらに詳細につい
て以下に説明する。フィルター又はフィルターカー

トに認識されているが如き其方位を有する微孔性透
過膜では、孔径の大なる箇所を一次側として用いる場
合は、一次側の気体の圧力を高くすれば高くするほ
どフィルターに保持される試験液の厚みが薄くなり
結果として目測されるプレッシャーホールド法の圧
力減少量や放射線量が大きく観測されるようになり、
さらに欠陥の存在を見過ごす確率が高くなる。

また、フィルターまたはフィルターカートリッジ
の厚れのばらつきや、膜の製造工程でのばらつきが
大きい場合には、これら欠陥から放出する放射線が
十分小さい場合には、そのばらつきの範囲内に放射
線が隠れてしまう恐れがあった。

また、一般的には産生作業は長時間に行うことが
求められる。特に医薬製剤工程で用いられる時は確
造膜の密封性を防止するために短時間経過を必要
とする。このため単位時間の透過量を大きくするた
めに透過面積の大きなフィルターないしはフィル
ターカートリッジが好まれて用いられる。しかし透過
面積を大きくすると上記完全性試験において、検出
すべき欠陥から放出する流量に対して、膜面全体か

トリッジに存在する欠陥の大きさ(半径r)と、欠
陥に含まれた試験液が吹き出る圧力Pの関係は、

$$r = 2 \sigma \cos \theta / P$$

上記の式に於いて、 σ : 試験液の表面張力
 θ : 試験液と膜の接触角を表す。

と表される。即ち、フィルター又はフィルターカー
トリッジに欠陥が存在した場合、ある特定の圧力P
で空気が吹き出す。また、欠陥から放出する空気の
量は、以下に示すようなハーゲンポアズイユム式に
よって求められる。

$$Q_v = 15 \pi d^4 \Delta P / 32 \eta l$$

上記の式に於いて、 Q_v : 気体の放出流量
(ml/min)、 d : 欠陥の直径 (μm)、
 ΔP : 差圧 (bar)、 l : 欠陥の長さ (m)
 η : 放出する気体の粘度 ($\mu Poise$) を
示す。

本発明に於ける二点以上の測定圧力は、上記欠陥
が含まれるような範囲に設定する。即ちれた測定値
の差を、測定圧力の差で割ったものが、差分値とな
る。得られた差分値は、上記欠陥が存在したならば、

特開平3-110445(4)

通常よりも大きく観察されるはずである。

この改良した完全性試験法に適用できるフォルターカートリッジの種類は問わないがこの効果は顕著なのは組み込まれている膜面積が大きいものである。たとえば、1㎡から2.1㎡の有効膜面積を有するシングルオープンエンドタイプオープンエンドタイプのブリーフ型フィルターカートリッジや、0.05㎡から0.2㎡の有効膜面積を有する円盤膜型フィルターカートリッジをあげることができる。フィルターカートリッジに組み込まれている膜厚の構造はいずれのものでも本改良完全性試験を行うことができるが、本発明の効果は顕著なのは例えば特開昭56-154051や特開昭62-27066に記載されているような異方位を有する多孔性濾過膜の如き試験圧力の増大に伴って膜に含まれる試験液の量が少なくなり、結果として濾過される試験液量や、プレッシャーホール値が大きく増加されるような構造を持つものである。またこの発明に適用する試験法の種類は問わない。一般的には水ないしはイソプロピルアルコール、メタノール、エタノール等のアルコ

ールが使われるが、好ましくは水などの、比較的気体の溶解度が低く、試験液量が小さく、表面張力が高く、膜のバブルポイントが高く観察されるものが良い。

実施例

平均孔径が0.2μmのポリスルホン製精密濾過膜(バブルポイント値5.5kgf/cm²)を0.2㎡超の公称円板膜型フィルターカートリッジI及びフィルターカートリッジIIの完全性試験を本発明の方法にしたがって実施した。試験圧力は2.5kgf/cm²、3.25kgf/cm²、4.0kgf/cm²で、試験液は水で、濾過への試験液の充塞は、フィルターカートリッジをフィルターハウジングに装着し25ℓの純水を一定流速で5分間濾過することによって行った。その結果を第1及び第2図に示す。更にASTMに示される方法に基づいて逆浸透フィルターの膜厚テストを行った結果について示した。(但し、試験液はPseudomonas diminuta ATCC 19146)

上記の結果、サンプルIでは、試験液量及び試験液量の積分値には異常は見られない。一方サンプルIIでは、試験液量値には異常は見られないが、試験液量の積分値には3.25kgf/cm²の値に異常が見られる。また、膜厚結果から、サンプルIIには欠陥が存在したことを示す。カートリッジの分解の結果、サンプルIIには微小な欠陥が存在することが判明した。

特許出願人 富士写真フイルム株式会社

表1

試験圧力 kgf/cm ²	サンプルI		サンプルII	
	試験液量 (ml/min)	試験液量の積分値 (ml·cm ² /kgf·min)	試験液量 (ml/min)	試験液量の積分値 (ml·cm ² /kgf·min)
2.5	4.8	—	4.3	—
3.25	7.2	3.2	7.6	4.4
4.0	9.6	3.2	10.0	3.2
試験結果	異常なし		異常あり	